УДК 669.65.018.24 : 546.48.06(083.74) Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Методы определения содержания кадмия

Tin and lead babbits. Methods for the determination of cadmium content

ГОСТ 21877.9—76

Взамен ГОСТ 1380.7—70

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 24 мая 1976 г. № 1264 срок действия установлен

с 01.01.1978 г.
до 01.01.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные и свинцовые баббиты и устанавливает полярографический метод определения содержания кадмия (при содержании кадмия от 0,01 до 1,2%) и объемный комплексонометрический метод определения содержания кадмия (при содержании кадмия от 0,8 до 1,2%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21877.0—76.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

2.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома, отгоняют олово и сурьму в виде бромидов. Свинец удаляют в виде хлористого. Кадмий полярографируют на хлоридном фоне в пределах от минус 0,7 до минус 1,1 В (относительно насыщенного каломельного электрода) приложенного напряжения поляризации.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф подходящей конструкции с ртутным капающим катодом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 10.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения: смешивают 45 мл соляной и 45 мл бромистоводородной кислот и осторожно приливают 10 мл брома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67 и разбавленная 1 : 1.

Аммиак по ГОСТ 3760—64.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Хлоридно-аммиачный фон: 135 г хлористого аммония растворяют в небольшом количестве воды, прибавляют 385 мл концентрированного раствора аммиака, доливают до 1 л водой и перемешивают.

Кадмий по ГОСТ 1467—67.

Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 1,0 г кадмия растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор выпаривают почти досуха, прибавляют 7—10 мл концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют еще раз, после чего прибавляют 60 мл концентрированной соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 1 мг кадмия.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) по ГОСТ 195—66, 20%-ный свежеприготовленный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—65, 1%-ный раствор.

Ртуть по ГОСТ 4658—73, марки Р1.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску баббита массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 10 мл смеси кислот и брома. Раствор выпаривают досуха. Обработку осадка повторяют еще дважды, приливая по 5 мл смеси. Сухой остаток смачивают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1 : 10, кипятят до удаления брома и охлаждают в проточной воде. Осадок хлористого свинца отфильтровывают через фильтр средней плотности, промывают 5—6 раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 10, охлажденной в проточной воде, и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды нейтрализуют аммиаком, прибавляют 40 мл хлоридно-аммиачного раствора и перемешивают. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 10 мл раствора сульфита натрия и оставляют на 20 мин, затем добавляют 4 мл раствора желатина, доводят до метки водой и перемешивают.

Через 10—15 мин часть раствора переносят в электролизер и полярографируют при потенциалах от минус 0,7 до минус 1,1 В (относительно насыщенного каломельного электрода).

Содержание кадмия в процентах определяют путем сравнения высоты волны кадмия, полученной при полярографировании испытуемого раствора, с высотой волны, полученной при полярографи-

рования градуировочных растворов кадмия, при одной и той же чувствительности.

2.3.2. *Приготовление градуировочных растворов*

В мерные колбы вместимостью по 100 мл вносят 2,0; 6,0 и 10,0 мл стандартного раствора кадмия, что соответствует концентрациям кадмия 20, 60 и 100 мг/л, добавляют 4 мл концентрированной соляной кислоты, нейтрализуют аммиаком и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. Градуировочные растворы полярографируют в тех же условиях, что и растворы испытуемой пробы.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Содержание кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где h — высота волны, полученная при полярографировании испытуемого раствора, мм;

V — объем испытуемого раствора, мл;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета, вычисляемый по формуле

$$\frac{K_1 + K_2 + K_3}{3},$$

$$K_1 = \frac{h_1}{g_1}; \quad K_2 = \frac{h_2}{g_2}; \quad K_3 = \frac{h_3}{g_3},$$

где h_1, h_2, h_3 — высоты волн, полученные при полярографировании градуировочных растворов, мм;

g_1, g_2, g_3 — концентрация градуировочных растворов кадмия, мг/л.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Содержание кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03	0,005
Св. 0,03 „ 0,05	0,01
„ 0,05 „ 0,1	0,02
„ 0,1 „ 0,4	0,03
„ 0,4 „ 1,0	0,05
„ 1,0 „ 1,2	0,06

2.4.3. Полярографический метод определения содержания кадмия является арбитражным.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАДМИЯ

3.1. Сущность метода

Пробу растворяют в смеси соляной, бромистоводородной кислот и брома. Сурьму и олово отгоняют в виде бромидов. Кадмий титруют трилоном Б из аликвотной части раствора, медь связывается тиомочевиной.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—67.

Бром по ГОСТ 4109—64.

Смесь для растворения: смешивают 45 мл соляной и 45 мл бромистоводородной кислот и осторожно приливают 10 мл брома.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—64.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 10%-ный раствор.

Уротропин медицинский, 20%-ный раствор.

О-фенантролин, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г о-фенантролина растворяют в 100 мл теплой воды с 2—3 каплями азотной кислоты.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный водный свежеприготовленный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,01 М раствор; готовят следующим образом: 4,0 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют и разбавляют водой до 1 л.

Азотнокислый свинец, 0,01 М раствор; готовят следующим образом: 2,0721 г металлического свинца марки СО по ГОСТ 3778—74 помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 25 мл азотной кислоты. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 1,0 г кадмия по ГОСТ 1467—67 помещают в стакан вместимостью 250 мл, растворяют при нагревании в 25 мл азотной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,001 г кадмия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску баббита массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 мл и приливают 15 мл смеси для растворения.

Раствор выпаривают до появления влажных солей, прибавляют 5 мл смеси и выпаривают досуха. Обработку повторяют еще два раза, приливая по 5 мл смеси. К сухому остатку приливают 5 мл соляной кислоты, 1—3 капли перекиси водорода и выпаривают досуха. Обработку осадка соляной кислотой и перекисью повторяют три раза.

К осадку приливают 5 мл соляной кислоты и выпаривают досуха. После полной отгонки брома сухой остаток смачивают 2 мл азотной кислоты, приливают 20—30 мл воды и подогревают до растворения солей, затем охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

Отбирают 10 мл раствора, переносят в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 50 мл воды, 10 мл раствора тиомочевины, небольшими порциями приливают раствор уротропина до ярко-сиреневой окраски (pH 5,4—5,8), затем приливают 2—3 мл раствора азотнокислого свинца и титруют из микробюретки раствором трилона Б до желтой окраски (это титрование в расчет не принимается).

В колбу приливают 10 мл раствора о-фенантролина и титруют из микробюретки раствором азотнокислого свинца до сиреневой окраски, после чего приливают немного раствора в избыток. Избыток раствора азотнокислого свинца оттитровывают из микробюретки раствором трилона Б до перехода окраски в желто-зеленую.

3.3.2. *Установка титра азотнокислого свинца по кадмию*

Титр раствора азотнокислого свинца устанавливают по стандартному раствору кадмия.

Отбирают пипеткой или микробюреткой 5 мл стандартного раствора кадмия и титруют, как указано в п. 3.3.1.

Титр раствора азотнокислого свинца (T), выраженный в г/мл кадмия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V_1 - V_2 \cdot K},$$

где m — масса навески кадмия в аликвотной части раствора, г;

V_1 — общий объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на второе титрование, мл;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка раствора азотнокислого свинца, мл;

K — поправочный коэффициент, характеризующий соотношение растворов азотнокислого свинца и трилона Б.

Для установки поправочного коэффициента приливают в колбу из микробюретки 3 или 5 мл раствора азотнокислого свинца, прибавляют 40 мл воды, несколько капель ксиленолового оранжевого, раствор уротропина до появления малиновой окраски (pH 5,4—5,8)

и титруют из микробюретки раствором трилона Б до перехода окраски в желтую.

Поправочный коэффициент вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где V_3 — объем раствора азотнокислого свинца, взятый на титрование, мл;

V_4 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Содержание кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где V_1 — общий объем раствора азотнокислого свинца, израсходованный на второе титрование, мл;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка раствора азотнокислого свинца, мл;

K — поправочный коэффициент (см. п. 3.3.2);

10 — аликвотная часть раствора, мл;

100 — объем испытуемого раствора, мл;

T — титр раствора азотнокислого свинца, выраженный в граммах кадмия на миллилитр;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,10%.

Изменение № 1 ГОСТ 21877.9—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания кадмия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.02.83 № 805 срок введения установлен

с 01.07.83

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на $см^3$, л на $дм^3$.

Вводную часть дополнить словами: «и атомно-абсорбционный метод определения содержания кадмия (при содержании кадмия от 0,01 до 1,2 %)».

Пункты 2.2, 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 2062—67 на ГОСТ 2062—77, ГОСТ 4109—74 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 1467—67 на ГОСТ 1467—77, ГОСТ 195—66 на ГОСТ 195—77, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77.

Пункт 2.4.2. Заменить слова: «в таблице» на «в табл. 1»; таблицу дополнить словами: «Таблица 1».

Пункт 3.2. Заменить ссылки: ГОСТ 10929—64 на ГОСТ 10929—76, ГОСТ 3778—74 на ГОСТ 3778—77.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. **Атомно-абсорбционный метод определения содержания кадмия**

4.1. Сущность метода

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами кадмия. Раствор распыляют в ацетиленово-воздушное пламя атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 228,8 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный.

Стаканы из фторопласта вместимостью 50 $см^3$.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Смесь кислот для растворения; фтористоводородную и азотную кислоты смешивают с водой в соотношении 2:3:5 соответственно; хранят в полиэтиленовой посуде.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Стандартный раствор кадмия; готовят следующим образом: 0,1000 г кадмия растворяют при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг кадмия.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. В зависимости от содержания кадмия навеску баббита массой, указанной в табл. 2, помещают в стакан из фторопласта вместимостью 50 $см^3$ и приливают небольшими порциями 10 $см^3$ смеси для растворения. Далее анализ проводят по ГОСТ 21877.3—76.

Таблица 2

Содержание кадмия, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, $см^3$
До 0,02 включ.	1	50
Св. 0,02 до 0,04 включ.	0,5	50
» 0,04 » 0,08 »	0,5	100
» 0,08 » 0,2 »	0,2	100
» 0,2 » 0,5 »	0,2	250
» 0,5 » 1,0 »	0,1	250
» 1,0	0,1	500

Фотометрирование проводят при длине волны 228,8 нм в условиях, указанных в ГОСТ 21877.3—76. Концентрацию кадмия устанавливают по градуировочному графику, фотометрируя одновременно с анализируемыми растворами серию растворов с известным содержанием кадмия.

4.3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеряют микробюреткой 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора кадмия, приливают по 10 см³ смеси для растворения, доводят водой до метки и перемешивают. Фотометрируют растворы так же, как и растворы анализируемых проб.

По полученным средним значениям абсорбции и известным содержаниям кадмия строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Содержание кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация фотометрируемого раствора, мкг/см³;

V — объем фотометрируемого раствора, см³;

m — масса навески баббита, г;

10^6 — коэффициент пересчета микрограммов в граммы.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Содержание кадмия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03 включ.	0,005
Св. 0,03 » 0,05 »	0,01
» 0,05 » 0,1 »	0,02
» 0,1 » 0,4 »	0,03
» 0,4 » 0,7 »	0,05
» 0,7 » 1,0 »	0,08
» 1,0 » 1,2 »	0,1

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 21877.9—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Методы определения содержания кадмия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.87 № 2463

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания», «content».

Пункт 2.2. Заменить слова: «20 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор 200 г/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³».

Пункт 3.2. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор 100 г/дм³», «1 %-ный раствор» на «раствор 10 г/дм³», «0,1 %-ный водный свежеприготовленный раствор» на «водный свежеприготовленный раствор 1 г/дм³», «0,01 М раствор» на «раствор концентрации 0,01 моль/дм³».

Пункты 2.4.2, 3.4.2, 4.4.2. Заменить слова: «расхождения результатов параллельных определений» на «расхождения результатов анализа».

Пункт 3.3.1 дополнить абзацем (перед первым): «Комплексонометрическое определение кадмия без отделения меди и свинца электролизом».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3.1.1: «3.3.1.1. *Комплексонометрическое определение кадмия после отделения меди и свинца электролизом*

Навеску баббита марки Б88 массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают 15 см³ смеси для растворения. Раствор выпаривают до влажных солей, прибавляют 5 см³ смеси и выпаривают досуха. Обработку повторяют еще два раза, приливая по 5 см³ смеси. К сухому остатку приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и кипятят до удаления брома. Остаток разбавляют водой до 150—180 см³ и проводят выделение меди и свинца электролизом по ГОСТ 21877.3—76, п. 2.3.2.

После электролиза раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В колбу вместимостью 200 см³ отбирают 25 см³ раствора, прибавляют 25 см³ воды, 2 см³ тиомочевины, 2—3 капли ксиленового оранжевого и небольшими порциями уротропин до pH 5,5—5,8 (раствор окрашивается в малиновый цвет). Затем к раствору приливают 2 см³ трилона Б концентрации 0,01 моль/дм³, немного уротропина и раствор, окрашенный в желтый цвет, титруют раствором азотнокислого свинца концентрации 0,01 моль/дм³ до перехода окраски в желто-розовый цвет.

К раствору прибавляют 2 см³ О-фенантролина, перемешивают и вновь титруют окрашенный в желтый цвет раствор раствором азотнокислого свинца концентрации 0,01 моль/дм³ до изменения окраски в желто-розовый цвет».

Пункт 3.3.2. Заменить слова: «Титр» на «Массовая концентрация», «титр раствора азотнокислого свинца (*Т*), выраженный в г/мл кадмия» на «массовую концентрацию раствора азотнокислого свинца (*Т*) по кадмию, выраженную в г/см³»

gost.e-ecolog.ru

[illegible] Заменить слова: «Т-титр раствора азотнокислого свинца, выраженный в граммах кадмия на миллилитр» на «Т-массовая концентрация раствора азотнокислого свинца по кадмию, г/см³».

(ИУС № 10 1987 г.)